

MENU**SEARCH****INDEX****JAPANESE****LEGAL
STATUS**

1 / 1

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **56-000834**(43)Date of publication of
application : **07.01.1981**

(51)Int.Cl.

C08K 3/22**C08K 7/18**(21)Application
number :**54-074595**(71)
Applicant :**SHOWA DENKO KK**

(22)Date of filing :

15.06.1979

(72)Inventor :

SAKAIDA TOSHIRO**OISHI NAOAKI****HASEGAWA HIKARI****YAMAGUCHI KATSUNOBU****(54) ADDITIVE FOR HIGH-MOLECULAR MATERIAL**

(57)Abstract:

PURPOSE: Titled additive which enables high-molecular materials to produce molded products having excellent thermal conductivity, moldability and mechanical properties, comprising three kinds of aluminas having a specific shape factor and different particle diameters.

CONSTITUTION: An additive is obtained by adding to hydrated alumina, an α - alumina seed crystal having a particle diameter of below $100\ \mu$; subjecting the resulting mixture to hydrothermal treatment under conditions of a pressure of $150\text{W}500\text{Kg/cm}^2$, a temperature of $370\text{W}500^\circ\text{C}$ and a treating time of $2\text{W}10\text{hr}$, while avoiding forming fresh crystal nuclei of α -alumina; then, disintegrating the product in a powder treating apparatus, thereby producing α -alumina powder having a shape factor of $1.0\text{W}1.4$; screening the α -alumina powder into (A) α -alumina powder, particle diameter $\leq 3\ \mu$, (B) α -alumina powder, particle diameter of $3\text{W}20\ \mu$ and (C) α -alumina powder $\geq 20\ \mu$; and mixing the three kinds of aluminas so as to provide a volume ratio, B/A, of $0.25\text{W}5$ and a volume ratio, C/(A+B), of $0.1\text{W}0.4$. The additive obtained is added to a high-molecular material, in an amount of $70\text{W}78\text{vol}\%$.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—834

⑪ Int. Cl.³
C 08 K 3/22
7/18

識別記号
CAL
CAL

庁内整理番号
6911—4 J
6911—4 J

⑬ 公開 昭和56年(1981)1月7日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 高分子物質用配合剤

⑮ 特 願 昭54—74595

⑯ 出 願 昭54(1979)6月15日

⑰ 発 明 者 坂井田敏郎
横浜市港南区野庭町604ノ1

⑱ 発 明 者 大石直明
町田市玉川学園七丁目27番60号

⑲ 発 明 者 長谷川光
習志野市谷津七丁目7番地

⑳ 発 明 者 山口勝信
川崎市中原区北谷町95の1

㉑ 出 願 人 昭和電工株式会社
東京都港区芝大門1丁目13番9号

㉒ 代 理 人 弁理士 菊地精一

明 細 書

1. 発明の名称

高分子物質用配合剤

2. 特許請求の範囲

3 μ 以下の粒度の α -アルミナをA、3 μ より大きく20 μ より小さい粒度の α -アルミナをBおよび20 μ 以上の粒度の α -アルミナをCとしたとき、容量比で $B/A = 0.25 \sim 5$ および $C/(A+B) = 0.1 \sim 0.4$ となるような粒度分布を有し、かつこれらの α -アルミナの形状因子が1.0 \sim 1.4であることを特徴とする高分子物質用配合剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は熱伝導性付与する高分子物質用配合剤に関する。さらに詳しくは、粒度分布が特定の範囲を有し、かつ形状因子が1.0 \sim 1.4である α -アルミナ粒子からなる高分子物質用配合剤に関する。

電子装置のマイクロ化および高密度化の進展とともに、発生した熱をいかにして外部へ伝達ま

たは冷却させるかが装置の能力を左右する状況となっている。

近年、電子部品の絶縁基板、封止剤、放熱シートなどに「合成樹脂およびゴム状物」(以下「高分子物質」と云う)の成形物が広く用いられている。しかしながら、これらの成形物は高分子物質単体のままでは熱伝導率が小さく、したがって放熱効果が乏しいことにより、蓄熱による回路素子に損傷を与え易い。

以上のことから、高分子物質の成形体の熱伝導性を改善するため、大きい熱伝導率を有する電気絶縁性無機配合剤を配合することが一般に行なわれているが、これらの配合剤の配合割合を上げていくにつれともない、得られる成形物の機械的性質が低下していくばかりでなく、成形物を製造するさいに成形加工性も低下するため、これらの配合剤の配合による高分子物質の成形体の高熱伝導化には、おのずから限界があった。

以上のことから、本発明者らは、これらの欠点の改良された配合剤を得るために種々探索した結

果、特殊な粒度分布を有し、かつ形状因子が1.0～1.4である α -アルミナ粉末を高分子物質に配合することにより、該 α -アルミナ粉末の配合比率を上げたとしても、配合物（組成物）の機械的性質が低下せず、かつ配合物を用いて成形物を製造するさいに加工性がすぐれていることを見出し、本発明に到達した。

一般に用いられている α -アルミナ粉末は高分子物質に対する高配合（高充填）が容易である反面、得られる組成物の高熱伝導率化に限界があった。本発明者らは、特殊な α -アルミナ粉末、すなわち形状因子が1.0～1.4であり、かつある一定の粒度分布を有する α -アルミナ粉末がより高充填が可能であるばかりでなく、高分子物質との組成物が機械的性質にすぐれていることを見出した。また、該 α -アルミナ粉末の粒度分布が前記のごとく特定するものを使用することにより、熱伝導性をも改善されることも見出した。この理由は必ずしも明らかではないが、その理由として、この種の粒度分布を有する α -アルミナ粉末が高

(3)

原料のアルミナ水和物中に種結晶として α -アルミナ（コランダム）微粒を添加して新たな α -アルミナ結晶核の生成を防ぎつつ水熱処理を行う点に關しては我々の先願である特開昭52-15498の方法と本質的に変るところはない。即ち、アルミナ水和物は水酸化アルミニウム（三水和物）ペーナイト（一水和物）のいずれでもよく、またアルミナ水和物に添加する α -アルミナ種結晶の量は、三水和物換算のアルミナ水和物の総重量をWR(g)とし、添加する α -アルミナ種結晶の総面積をAs(cm²)とすると、WR/As値が0.05g/cm²以下であることが好ましく、0.02g/cm²以下が特に好ましい。こゝでAs(cm²)はJIS R 6002に準ずる拡大顕微鏡法による粒径を用いて求めることができる。その他アルミナ水和物と α -アルミナ微粒とを十分によく混合すること、また水熱処理に際しては原料中の温度差をなるべく小さくすることが望ましいことも前記先願と同様である。水熱処理の温度、圧力は370～500℃、150～500Kg/cm²の範囲が適当であり、

(5)

分子物質中に最も密に分散する最密充填構造をとやすく、配合剤として使われる α -アルミナ粉末の高熱伝導性が効果的に寄与するためと考えられる。

本発明において使われる α -アルミナ粉末の粒度分布は、3 μ 以下の粒度の α -アルミナ粉末をA、3 μ より大きく20 μ より小さいものをBおよび20 μ 以上のものをCとしたとき、容量比でB/A=0.25～5およびC/(A+B)=0.1～0.4であるものである。また、形状因子が1.0～1.4であるものである。

ここでいう形状因子とは、JIS R 6002の顕微鏡拡大法で定める各粒の長径とこれに直交する短径の比（長径/短径）の平均値より算出して求める。測定粒子数は200個を基準とする。従って、完全な球形粒のみであれば、形状因子は1となり、この形状因子が1に近い粒程、より球形に近いといえる。

このような形態の α -アルミナ粉末は次のごとき方法によって作られる。

(4)

処理時間は2～10時間が適当である。

これらの条件で水熱処理を行えば、生成 α -アルミナ粒の粒径制御も比較的容易にできることは特開昭52-15498号に述べられているとおりである。

なお、ここでいう微細な α -アルミナ種結晶とは、バイヤーアルミナ、電融アルミナの粉砕微粒等であり、その粒度は特に制限はないが、成長率を同一にして比較した場合、大きい粒程時間がかかるので、経済性を考慮すると、 α -アルミナ種結晶の大きさは100 μ 以下が好ましい。

以上述べた方法によって得られる α -アルミナ粉末は、少なくともその一次粒子群は球状多面体粒となっているが、これらの一次粒子の一部は凝集して存在しているため、これをさらにロッドミル或いはマラーおよびらいかい器形式の粉体処理装置で解砕することによって形状因子が1.0～1.4の α -アルミナ粉末を得ることができる。解砕時間は用いる処理装置等によって異なるが、一般的には20～200分で十分である。また解砕条件

(6)

の内、乾式か湿式のいずれを選ぶかについては特に制限はないが、 α -アルミナ粒に対する汚染を防止する意味に於いて、一般には乾式解砕の方が好ましい。

以上の方法によって得られた α -アルミナ粉末は、形状因子が1～1.4の範囲内で、各粒子の外壁層が水熱条件下で成長させた結晶歪の殆んどない高純度な α -アルミナ結晶層で覆われており、表面が平滑で、かつトータルアルミナ純度も高い。また、この α -アルミナ粉末は、凝集粒子を殆んど含まず、主として独立した球状多面体状の一次粒子によって構成されているため、比表面積が著しく小さい。その上、この α -アルミナ粉末は、比表面積の著しく大きな一般の高純度 α -アルミナ粉末のごとく、使用前の吸着水の管理の煩わしさがなく、かつ高純度 α -アルミナ粉末に匹敵する化学的、熱的安定性を有する等、従来の粉砕法や焼成法による α -アルミナ粉末には見られない特色を有している。

このようにして得られる α -アルミナ粉末は種

(7)

イトライドおよび結晶性シリカのごとき充填剤を一種または二種以上を併用してもよい。

本発明の α -アルミナ粉末と高分子物質とを配合するにあたり、配合物の使用目的に応じて安定剤、加工性改良剤、加硫剤、加硫促進剤、加硫促進助剤、スコッチ防止剤、難燃化剤および着色剤のごとき添加剤を添加してもよい。該配合物を製造するには一般に合成樹脂およびゴム業界において使われている混合方法を適用すればよいが、パンバーミキサー、ロールミルおよび押出機のごとき混合機を使用して均一状に熔融混練する方法が適当である。このようにして得られる配合物(組成物)はこれらの業界において用いられている成形法(たとえば、押出法、射出成形法、プレス成形法)により、所望の形状に成形加工して使用される。その一例として、放熱板に成形する場合には、カレンダーロールおよびプレス機などでシート状に加工し、所望の寸法、形状に切り出した後、使用される。

以下、実施例により本発明をさらに詳しく説

(9)

々の高分子物質(合成樹脂、ゴム状物)の配合剤として使うことができる。これらの高分子物質のうち、シリコンゴム、塩素化ポリエチレンゴム、弗素ゴムなどの耐熱性ゴムが好ましく、特にシリコンゴムが好適である。

これらの高分子物質と本発明の α -アルミナ粉末とを混合して配合物(組成物)を製造するにあたり、高分子物質の種類によって異なるけれども、 α -アルミナ粉末を全組成物の70～78容量%まで配合することができる。本発明の α -アルミナ粉末は以上のように高配合することができるから、組成物は熱伝導性がすぐれている。また、このように高配合しても、組成物は均一状であり、成形性もすぐれており、さらに機械的性質も満足し得るものである。

さらに、高分子物質との組成物を製造するにあたり、 α -アルミナ粉末と高分子物質のみを混合することによって組成物が得られるけれども、組成物の使用目的に応じて組成物のその特性を損なわない範囲で、マグネシア、ベリリヤ、ボロンナ

(8)

明する。

なお、実施例および比較例において、熱伝導率は得られたシートを迅速熱伝導計(昭和電工社製、商品名 QTM-MD)を用い、室温下で測定した。

実施例 1～3、比較例 1～3

あらかじめそれぞれを前述した水熱処理法で生成した α -アルミナを解砕(軽い粉砕)処理する方法で得られた α -アルミナ粉末をふるいわけを行ない、粒度分布が0.8～2.5 μ の α -アルミナ粉末〔以下「アルミナ(A)」と云う〕、粒度分布が4～18 μ の α -アルミナ粉末〔以下「アルミナ(B)」と云う〕および粒度分布が2.5～4.0 μ の α -アルミナ粉末〔以下「アルミナ(C)」と云う〕を用意した。シリコンゴム(平均重合度 7500、直鎖状ポリジオルガノシロキサン、97.5モル%がメチル基、2.5モル%がビニル基)100重量部、0.4重量部のジクミルパーオキサイドならびにそれらの配合量を第1表に示すアルミナ(A)、アルミナ(B)およびアルミナ(C)を室温においてミキシ

ングロール(径 8 インチ)を用いて3分間混練を行ない、シート状物を作成した。得られた各シート状物を170℃の温度において5 Kg/cm²の加圧下で10分間プレスを行なってプレスシート(厚さ 0.5 mm)を作成した。これらのシート200℃の温度においてギヤーオープンを使って2時間キュアリングを行なった後、熱伝導性(熱伝導率)を測定した。それらの結果を第1表に示す。なお、第1表において、 α -アルミナ粉末の容量%とは、得られた各シート状物中に占めるアルミナ(A)、アルミナ(B)およびアルミナ(C)の総容量%である。

03

第 1 表

実施例または比較例番号	配 合 量 (重量部)			α -アルミナ粉末の容量%	(B)/(A)	(C)/[(A)+(B)]	熱伝導率 ¹⁾
	アルミナ (A)	アルミナ (B)	アルミナ (C)				
比較例 1	400	400	400	74.7	1	0.5	2.3
" 2	300	300	600	"	1	1	2.0
" 3	160	640	400	"	4	0.5	2.2
実施例 1	300	600	300	"	2	0.3	3.1
" 2	200	800	200	"	4	0.2	3.0
" 3	600	300	300	"	0.5	0.3	3.2

1) Kcal/m・時間・度

03

以上の実施例および比較例から、本発明によって得られる高分子物質用配合剤を高分子物質（とりわけ、耐熱性ゴム）に配合すれば、得られる組成物の熱伝導率がすぐれていることが明らかである。

特許出願人 昭和電工株式会社
代理人 弁理士 菊地 精一